

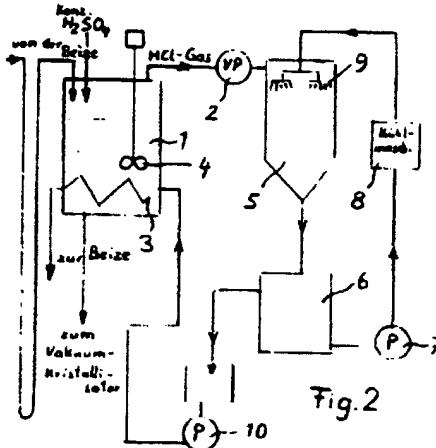
Hydrochloric acid pickling soln. regeneration with cold sulphuric acid - giving ferrous sulphate hepta:hydrate as useful by=product

Publication number: DE4122920
 Publication date: 1993-01-14
 Inventor: CZARNOWSKI GOTTFRIED VON (DE)
 Applicant: CZARNOWSKI GOTTFRIED VON (DE)
 Classification:
 - international: C23G1/36; C23G1/00; (IPC1-7): C23G1/36
 - European: C23G1/36
 Application number: DE19914122920 19910711
 Priority number(s): DE19914122920 19910711

[Report a data error here](#)

Abstract of DE4122920

In the regeneration of pickling solns. contg. HCl by adding conc. H₂SO₄, the soln. is kept at a temp. below 45 deg. C. Reaction between H₂SO₄ and Fe chloride is carried out in vacuo. Cold centrifuge filtrate contg. H₂SO₄ is pref. used as cooling medium. USE/ADVANTAGE - The process is esp. used for regenerating solns. used for pickling steel strip. All the FeCl₂ present is converted to FeSO₄.7H₂O, which is readily soluble and can be used for various purposes, e.g. H₂SO₄ recovery, dyestuff prodn. or water treatment. In contrast, regeneration with conc. H₂SO₄ at over 50 deg.C gives FeSO₄.H₂O, which is insoluble in water and cannot be recovered economically, whilst roasting gives Fe₂O₃ and entails a high energy consumption.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(21) Aktenzeichen: P 41 22 920.7
(22) Anmeldetag: 11. 7. 91
(23) Offenlegungstag: 14. 1. 93

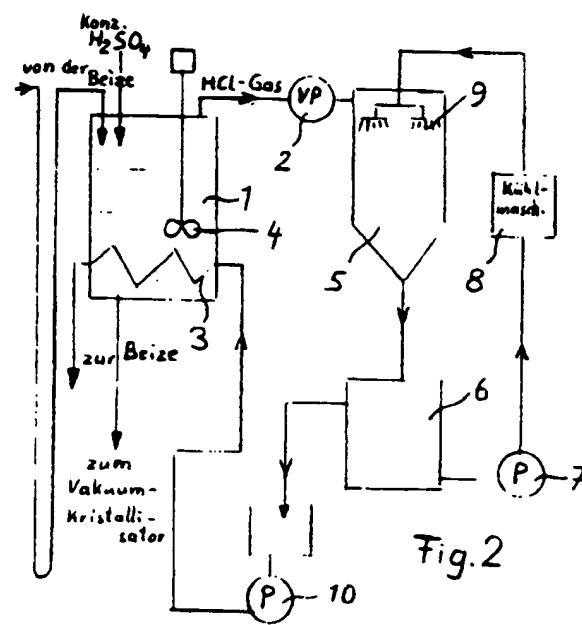
(71) Anmelder:
Czarnowski, Gottfried von, 4220 Dinslaken, DE

(72) Erfinder:
gleich Anmelder

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Verfahren zum Regenerieren salzsaurer Beizlösungen

(57) In einem unter Vakuum stehenden Reaktionsgefäß (1) wird die salzaure Beizlösung mit konz. Schwefelsäure versetzt. Hierdurch wird das in der Beizlösung vorliegende Eisenchlorid in Eisensulfat überführt. Der gasförmig anfallende Chlorwasserstoff wird im Kondensator (5) gesammelt und der Beize wieder zugeführt. Da das Reaktionsgefäß (1) auf einer Temperatur von max. 40-45°C gehalten wird, fällt das Eisensulfat als Heptahydrat an und kann in bekannter Weise auskristallisiert werden.

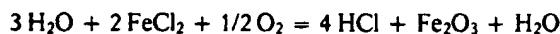


Beschreibung

Bei der Regeneration salzsaurer Beizlösungen, insbesondere solcher, die zum Beizen von Stahlbändern verwendet werden, sind die folgenden Verfahren in Gebrauch:

1. Sprührösten der Beizlösung.[1],[2],[3]

Bei den verschiedenen, hierfür angewandten Verfahren wird die Beizlösung versprühlt und in einem Reaktor auf Temperaturen erhitzt, die ausreichen, um das Eisenchlorid in Eisenoxyd zu überführen. Im Reaktor, der mit flüssigen oder gasförmigen Brennstoffen beheizt wird, herrscht oxidierende Atmosphäre bei Temperaturen zwischen 500 und 900°C. Die bei der Sprühröstung ablaufenden chemischen Reaktionen können pauschal durch die Formel



beschrieben werden.

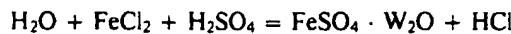
Das entstehende Eisenoxyd wird in Filtern aufgefangen, das HCl-Gas wird mit dem Spülwasser aus der Beisanlage kondensiert und als HCl-Lösung dem Beizprozeß wieder zugeführt.

Bei allen Verfahren, die nach dem beschriebenen Prinzip arbeiten, wird zwar die Salzsäure nahezu vollständig regeneriert, jedoch ist für diese Verfahren ein hoher Energieverbrauch kennzeichnend. Der hohe Energieverbrauch resultiert aus der Notwendigkeit, die gesamte Beizlösung zu verdampfen.

2. Regeneration durch Zusatz von konz. Schwefelsäure.

[1]

Bei diesem Verfahren wird der salzsauren Beizlösung konz. Schwefelsäure zugesetzt. Hierdurch wird das Eisenchlorid in Eisensulfat übergeführt, und der entstehende gasförmige Chlorwasserstoff wird in Wasser gelöst und der Heizanlage wieder zugeführt. Die hierbei ablaufenden chemischen Reaktionen können pauschal durch die Formel



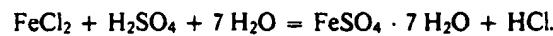
beschrieben werden. Da das Verfahren bei Temperaturen > 50°C arbeitet, fällt das entstehende Eisensulfat als Monohydrat ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) an. Dieses Salz ist wasserunlöslich und somit nicht wirtschaftlich verwertbar. Hierin besteht der wesentliche Nachteil dieses Verfahrens.

Die Nachteile der bekannten Verfahren zur Regeneration von Salzsäure sollen durch die vorliegende Erfindung vermieden werden.

Das erfindungsgemäße "Verfahren zum Regenerieren salzsaurer Beizlösungen" wird im folgenden anhand des in Fig. 1 dargestellten Blockschaltbildes beschrieben:

Die von der Beize kommende salzsaurer Beizlösung wird einem Reaktionsbehälter (1) zugeführt. In dem Reaktionsbehälter (1) wird eine Temperatur von max. 40–45°C eingestellt. Diese Temperatur wird erreicht durch ein mittels Vakuumpumpe (2) aufrechterhaltenes Vakuum sowie durch den Wärmeaustauscher (3) und das Rührwerk (4). Der Beizlösung wird im Reaktionsbehälter (1) konz. Schwefelsäure zugesetzt. Das in der Beizlösung vorliegende Eisenchlorid wird durch die konz. Schwefelsäure in Eisensulfat übergeführt. Die Re-

aktion kann pauschal beschrieben werden durch folgende Reaktionsgleichung:



Im Unterschied zu einem bekannten Verfahren, das bei höheren Temperaturen arbeitet, entsteht bei dem vorliegenden Verfahren infolge der auf max. 40–45°C begrenzten Temperatur das Eisensulfat in Form des Heptahydrates. Eisensulfat-Heptahydrat ist im Unterschied zum Eisensulfat-Monohydrat leicht löslich und in verschiedenen chemischen Prozessen verarbeitbar (Schwefelsäuregewinnung, Farbherstellung, Wasseraufbereitung). Der im Reaktionsbehälter (1) entstehende gasförmige Chlorwasserstoff wird in dem Kondensator (5) niedergeschlagen und gelöst. Das Kondensat stellt das Regenerat dar und wird im Regeneratbehälter (6) gesammelt. Mittels der Pumpe (7) wird das Kondensat durch die Kühlmaschine (8) und von dort in den Kondensator (5) gepumpt und hier durch Brausen (9) versprüht, um den Chlorwasserstoff zu kondensieren. Beim Anfahren der Anlage sowie bei Bedarf während des Betriebes kann in den Kondensator (5) sowie in den Regeneratbehälter (6) und den Reaktionsbehälter (1) 25 Wasser eingespritzt werden. Das kalte Kondensat wird mittels der Pumpe (10) zwecks Kühlung der Beizlösung durch den Wärmeaustauscher (3) gepumpt. Das hierdurch vorgewärmte Regenerat gelangt zurück in die Beisanlage. Die am Ausgang des Reaktionsbehälters (1) anfallende Lösung von Schwefelsäure und Eisensulfat wird in bekannter Weise einem Vakuumkristallisator (11) zugeführt. Das auskristallisierte Eisensulfat-Heptahydrat wird mittels des Eindickers (12) und der Zentrifuge (13) von der Schwefelsäurelösung getrennt. Die am Überlauf des Eindickers (12) und an der Zentrifuge (13) anfallende Schwefelsäurelösung wird durch die Pumpe (14) dem Reaktionsbehälter (1) wieder zugeführt.

Literatur:

- [1] F. G. Haubrich: Fachberichte Hüttenpraxis, 14. Jahrgang
- [2] Clemens Eisenhut: Stahl u. Eisen 1968, Nr. 6
- [3] Österr. Pat. 2 45 901 (1964)

Patentansprüche

1. Verfahren zum Regenerieren salzsaurer Beizlösungen durch Zusetzen von konz. Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung auf einer Temperatur von < 45°C gehalten wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktion zwischen Schwefelsäure und Eisenchlorid unter Vakuum durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß kaltes schwefelsaures Zentrifugenfiltrat als Kühlmedium verwendet wird.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

